

BL02B2 粉末結晶構造解析

1. 概要

BL02B2は多様な外場下で粉末材料の構造変化を電子密度レベルで研究し、構造と物性との関係を解明する構造物性研究分野に貢献してきた。その中でも10 Kから1000 Kまでの幅広い温度制御システムを用いた粉末材料の精密構造研究はガス吸着、レーザー励起、電場システムなどの組み合わせとともに基礎科学研究分野からデバイス材料構造研究の応用分野まで粉末結晶構造研究の領域を広げた。このように温度制御システムは様々な粉末結晶及びデバイス材料の精密構造研究分野では欠かせない。2009年度からグリーンエネルギー材料、親環境材料、宇宙材料など新機能性材料の構造物性研究に対する社会的なニーズを満たし、1000 K以上の温度制御下で新たな物質現象の構造研究分野を開拓するため、光学系と回折系の最適化と新たな実験手法の技術開発を行っている。2010年度は最高温度2000 K以上の超高温領域で精密構造物性研究を目指した、開放型透過法のX線回折実験が可能となるレーザー加熱システムの開発と、超高温下での構造変化をその場で観察できるフラットパネルセンサを導入したので報告する。

2. 超高温下で精密構造物性研究を目指したレーザー加熱システムの開発

2000 K以上の超高温領域で新たな反応構造研究分野を開拓するため、レーザー加熱システムを開発した。レーザーは波長1070 nm \pm 10 nm、パワー100 Wのファイバーレーザー（SPI社製）を導入した。レーザーのビーム径は5.1 mm、広がり角は0.4 mrad以下である。ファイバーレーザーはX線回折計の狭い測定空間を有効に活用でき他の装置との組み

合わせが可能である。その上、レーザーの光路調整が他の加熱レーザーに比べて比較的簡単であるため、一般ユーザーでも手軽にハンドリングできる。図1はホモジナイザーとビームエキスパンダーを通し試料までレーザー光を誘導させたシステム全体の写真である。ホモジナイザーはガウシアン分布のレーザー光の強度を均一化させる、かつ、試料部の温度を設定温度より100 K以上上昇させる効果がある。ビームエキスパンダーはビームの広がりを抑制しコリメートビームを生成する機能をもっている。各光学素子の使用はユーザー実験の必要に応じて取捨選択可能である。このレーザー加熱システムを用いてレーザーパワーによる白色酸化ZrO₂の加熱温度をテストした。試料部の温度確認はハズマ測器の2色光ファイバー放射温度計（測定温度領域：1000 K \sim 2800 K）を用いた。その結果、10 Wのパワーでは2000 K、90 Wのパワーでは2800 Kまで温度が上昇していることを確認した。レーザーパワーと試料部の温度の関係は試料の吸収係数によって異なる。試料部の温度は放射温度計を用いて試料部の温度を常にモニターし放射温度計で読み取った温度をフィードバックさせレーザーパワーを調整する方式で制御する。現在、0.5 mm ϕ 内の試料温度を1 $^{\circ}$ C以内に制御するため、ハーフミラー分岐或いはファイバー分岐方式を導入しテストの最中である。

3. 超高温下で反応過程のその場観察を目指したフラットパネルセンサの導入

超高温下で粉末材料の構造変化をその場で確認し、試料の実験温度条件を短時間で探索するため、フラットパネルセンサ（浜松ホトニクス製、C9252DK-18）を導入した。

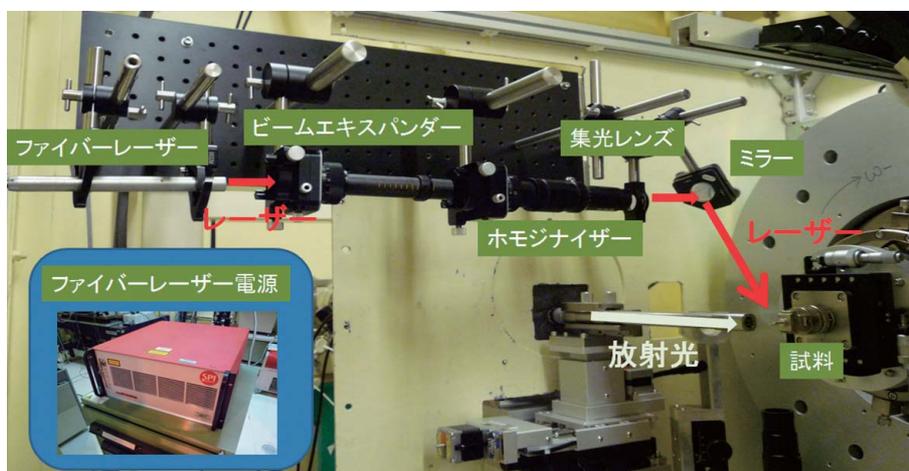


図1 レーザー加熱システム

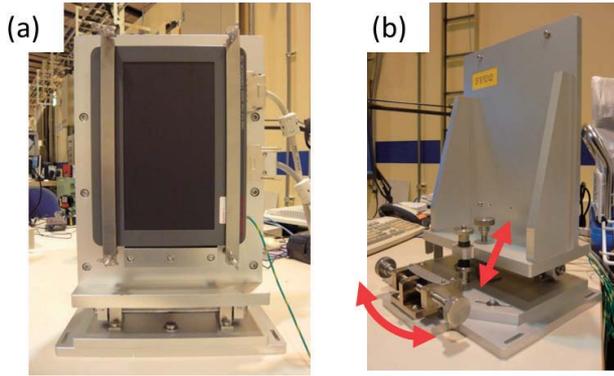


図2 専用調整ステージに乗せた大面積フラットパネルセンサ (a) ステージの背面にある手動調整機構によりフラットパネルセンサの横(縦)方向の傾き調整が可能 (b)。

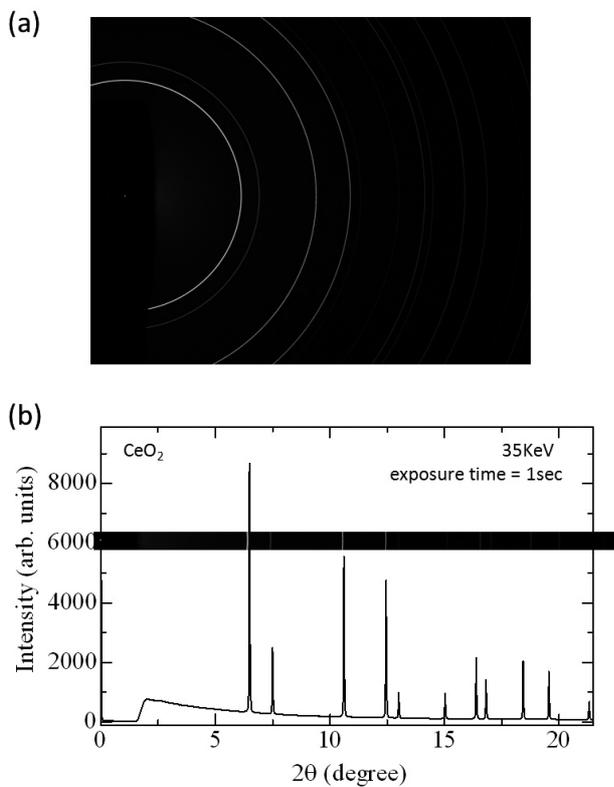


図3 フラットパネルセンサを用いて測定したCeO₂の2次元回折パターン (a) とカメラ長を補正した1次元回折データ (b)。

フラットパネルセンサは、画素サイズ100×100 μm、受光面サイズ123.2×243.2 mm、最大60 frame/1 secのフレーム速度を持っており、十分広い回折角度を確保した回折パターンの変化が短時間で観測できる。フラットパネルセンサの位置調整は独自開発した専用ステージ(図2)で行い、カメラ長の計算は標準試料(CeO₂, NIST, a=5.4111 Å)を用いて補正する。図3は35 keVのX線エネルギーを用いて1分間照射したCeO₂の2次元回折パターン (a) とカメラ長を補正した1次元回折データ (b) である。フラットパネルセンサで測定した回折データはイメージングプレート (IP) のS/N比より5倍程度低い値を示したが、IPとほぼ同じ分解能の回折データ測定ができた。ハッチ開閉なく速い測定ができるフラットパネルセンサはレーザー加熱による超高温温度領域で短時間に变化する構造を測定し、ユーザーの限られたビームタイム内で測定条件を探索する際に威力を発揮する。現在、フラットパネルセンサで確認した構造と同一条件で、IPを用いて統計精度の高いデータを測定するための機器制御ソフトウェアを開発している。

4. まとめ

2010年度は2000 K以上の超高温領域での精密構造物性研究を目指しレーザー加熱システムを開発し、その場観察可能な2次元検出器としてフラットパネルセンサを導入した。その結果、レーザー加熱システム導入によりこれまで最高1000 Kだった温度測定領域を3000 Kまで拡張し今まで観測できなかった超高温領域での構造研究が可能となった。フラットパネルセンサの導入とともに開発した専用ステージは超高温下で構造変化をその場で確認するフラットパネルセンサの効率的な運用を可能とただけではなく、データ精度及びデータ再現性の向上にもつながり成果拡大も期待される。今回開発したレーザー加熱システムとフラットパネルセンサは2010年度末導入予定である水平集光ミラーとの組み合わせにより超高温環境下での精密機能構造研究への貢献が期待される。

利用研究促進部門

構造物性Iグループ 動的構造チーム

辻 成希、金 廷恩